

**PCT**WELTORGANISATION FÜR GEISTIGES EIGENTUM  
Internationales BüroINTERNATIONALE ANMELDUNG VERÖFFENTLICHT NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE  
INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS (PCT)(51) Internationale Patentklassifikation <sup>6</sup> :

B01J 19/00, B01F 13/08

A1

(11) Internationale Veröffentlichungsnummer: WO 98/20965

(43) Internationales  
Veröffentlichungsdatum:

22. Mai 1998 (22.05.98)

(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/CH97/00431

(22) Internationales Anmeldedatum: 13. November 1997  
(13.11.97)

(30) Prioritätsdaten: 2811/96 13. November 1996 (13.11.96) CH

(71)(72) Anmelder und Erfinder: DÖBELIN, Werner [CH/CH];  
LabSource, Zihlackerstrasse 4, CH-4153 Reinach (CH).(74) Anwalt: BRAUN, André; Braun & Partner, Reussstrasse 22,  
CH-4054 Basel (CH).(81) Bestimmungsstaaten: AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG,  
BR, BY, CA, CH, CN, CU, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, GB,  
GE, GH, HU, ID, IL, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC,  
LK, LR, LS, LT, LU, LV, MD, MG, MK, MN, MW, MX,  
NO, NZ, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI, SK, SL, TJ, TM,  
TR, TT, UA, UG, US, UZ, VN, YU, ZW, ARIPO Patent  
(GH, KE, LS, MW, SD, SZ, UG, ZW), eurasisches Patent  
(AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europäisches  
Patent (AT, BE, CH, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT,  
LU, MC, NL, PT, SE), OAPI Patent (BF, BJ, CF, CG, CI,  
CM, GA, GN, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Veröffentlicht

Mit internationalem Recherchenbericht.

No translation  
+ Figures appear to be related

(54) Title: REACTION CHAMBER SYSTEM FOR CHEMICAL SYNTHESIS OR RELATED APPLICATIONS

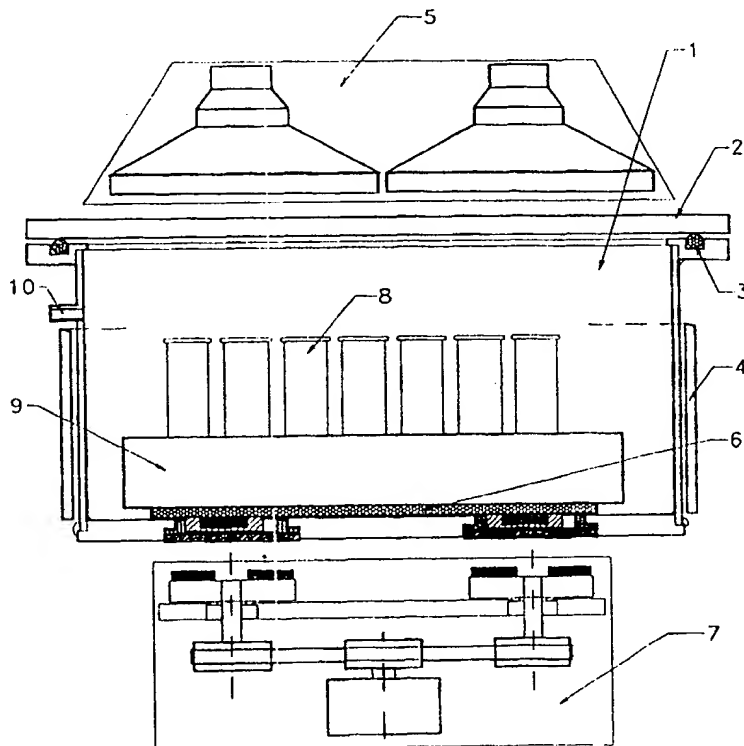
(54) Bezeichnung: REAKTIONSKAMMERSYSTEM FÜR DIE CHEMISCHE SYNTHESE ODER VERWANDTEANWENDUNGEN

## (57) Abstract

In a reaction chamber is located a platform for receiving individual samples and sample racks. The reaction chamber can be heated, cooled and evacuated. The samples are then radiation heated. The sample platform is shaken by magnetic coupling. The individual sample containers/reaction containers may be filled or emptied in use through ducts. The system has applications in the field of chemical combinatorial synthesis, as evaporator or for related applications.

## (57) Zusammenfassung

In einer Reaktionskammer befindet sich eine Plattform zur Aufnahme einzelner Proben und Probenracks. Die Reaktionskammer kann geheizt, gekühlt und unter Vakuum gesetzt werden. Die Heizung der Proben erfolgt dann über Strahlung. Die Probenplattform wird mittels Magnetkopplung geschüttelt. Die einzelnen Probengefässe/Reaktionsgefässe können während des Betriebs über Leitungen gefüllt oder geleert werden. Das System findet Verwendung im Bereich der chemischen kombinatorischen Synthese, als Verdampfer oder für verwandte Anwendungen.



BEST AVAILABLE COPY

## LEDIGLICH ZUR INFORMATION

Codes zur Identifizierung von PCT-Vertragsstaaten auf den Kopfbögen der Schriften, die internationale Anmeldungen gemäss dem PCT veröffentlichen.

AL	Albanien	ES	Spanien	LS	Lesotho	SI	Slowenien
AM	Armenien	FI	Finnland	LT	Litauen	SK	Slowakei
AT	Österreich	FR	Frankreich	LU	Luxemburg	SN	Senegal
AU	Australien	GA	Gabun	LV	Lettland	SZ	Swasiland
AZ	Aserbaidsschan	GB	Vereinigtes Königreich	MC	Monaco	TD	Tschad
BA	Bosnien-Herzegowina	GE	Georgien	MD	Republik Moldau	TG	Togo
BB	Barbados	GH	Ghana	MG	Madagaskar	TJ	Tadschikistan
BE	Belgien	GN	Guinea	MK	Die ehemalige jugoslawische Republik Mazedonien	TM	Turkmenistan
BF	Burkina Faso	GR	Griechenland			TR	Türkei
BG	Bulgarien	HU	Ungarn	ML	Mali	TT	Trinidad und Tobago
BJ	Benin	IE	Irland	MN	Mongolei	UA	Ukraine
BR	Brasilien	IL	Israel	MR	Mauretanien	UG	Uganda
BY	Belarus	IS	Island	MW	Malawi	US	Vereinigte Staaten von Amerika
CA	Kanada	IT	Italien	MX	Mexiko		
CF	Zentralafrikanische Republik	JP	Japan	NE	Niger	UZ	Usbekistan
CG	Kongo	KE	Kenia	NL	Niederlande	VN	Vietnam
CH	Schweiz	KG	Kirgisistan	NO	Norwegen	YU	Jugoslawien
CI	Côte d'Ivoire	KP	Demokratische Volksrepublik Korea	NZ	Neuseeland	ZW	Zimbabwe
CM	Kamerun			PL	Polen		
CN	China	KR	Republik Korea	PT	Portugal		
CU	Kuba	KZ	Kasachstan	RO	Rumänien		
CZ	Tschechische Republik	LC	St. Lucia	RU	Russische Föderation		
DE	Deutschland	LI	Liechtenstein	SD	Sudan		
DK	Dänemark	LK	Sri Lanka	SE	Schweden		
EE	Estland	LR	Liberia	SG	Singapur		

## Reaktionskammersystem für die chemische Synthese oder verwandte Anwendungen

### Einleitung

Die Erfindung betrifft ein Reaktionskammersystem, mit dem gleichzeitig mehrere flüssige oder in Flüssigkeit gelöste, aggressive oder gefährliche Proben bearbeitet werden können.

Bei der gleichzeitigen Bearbeitung von mehreren Proben treten Probleme auf, welche bisher noch nicht zufriedenstellend gelöst sind.

Aggressive oder gefährliche Proben werden meist einzeln abgearbeitet. Bekannte Systeme wie Vakuumzentrifugen bedürfen spezieller Probenracks und sind nur für einzelne Bearbeitungsschritte (z.B. Trocknen) geeignet. Dies ist mit einer Reihe von Nachteilen verbunden.

Der Erfindung liegt daher die Aufgabe zugrunde, ein Reaktionskammersystem anzugeben, mit dem gleichzeitig mehrere Proben bearbeitet werden und mehrere Bearbeitungsschritte automatisch erfolgen können wie dies beispielsweise in der kombinatorischen chemischen Synthese benötigt wird.

Erfindungsgemäss wird dies gelöst durch ein Reaktionskammersystem der eingangs genannten Art, das sich auszeichnet durch eine Reaktionskammer mit einer Plattform zur Aufnahme einzelner Probengefässe, einen ausserhalb der Reaktionskammer angeordneten und mit der Plattform magnetisch gekoppelten Schüttelantrieb. Zweckmässigerweise ist die Reaktionskammer gegenüber den Proben resistent, sowie vakuum- und temperaturbeständig. Vorzugsweise sind ausserhalb der Kammer Heizstrahler zum Heizen der Proben angeordnet. Ausserdem sind vorzugsweise Mittel zum Füllen und Entleeren von Probengefässen während des Betriebs vorhanden.

Im Folgenden wird anhand der beiliegenden Zeichnungen ein bevorzugtes Ausführungsbeispiel der Erfindung beschrieben. Es zeigen

BEST AVAILABLE COPY

- Fig. I: eine schematische Darstellung eines Reaktionskammersystems
- Fig. II: Schüttelantriebsystem wie dies im System nach Fig. I zum Einsatz kommt
- Fig. III: eine einzelne Magnetkopplungseinheit wie sie im System nach Fig. II zum Einsatz kommt.

Wie Fig. I zeigt, ist eine Reaktionskammer 1 von oben durch eine Glasplatte 2 verschlossen mit einer Dichtung 3 abgedichtet und durch eine Mantelheizung 4 geheizt. Zusätzlich kann der Innenraum der Reaktionskammer mit einem Infrarotstrahler 5 geheizt werden. Eine Schüttelplatte 6 in der Reaktionskammer 1 wird mit einem Schüttelantrieb 7 getrieben. Der Aufbau des Schüttelantriebs ist in Fig. II und III detailliert gezeigt. Probengefässe 8 werden in einem Probenrack 9 positioniert und auf der Schüttelplatte 6 montiert. Alternativ können Probenrack 9 und die Schüttelplatte 6 aus einer Einheit bestehen. Ueber Anschlüsse 10 können elektrische-, Entlastungs-, Gas-, Vakuum-, Lösungsmittel-, Reagenzien- und Sensor-Leitungen in die Reaktionskammer 1 geführt werden. Die Anschlüsse 10 und die Mantelheizung 4 sind in Fig. I grob schematisch gezeigt. Selbstverständlich sind sie gemäss dem Stand der Technik ausgebildet. Auch die Dichtung 3, die Glasplatte 2 sowie der Infrarotstrahler 5 werden nicht näher beschrieben weil sie entsprechend dem einschlägigen Stand der Technik ausgeführt sind.

Wie Fig. II zeigt, ist die Schüttelplatte 6 mit Lagerzapfen 11 fest verbunden. Im Boden 13 der Reaktionskammerboden sitzen Lagerschalen 12. Unterhalb der Lagerschalen 12 ist die Reaktionskammer 1 durch die Glaseinsätze 14 verschlossen. Der Schüttelantrieb 7 mit Treibern 16 befindet sich ausserhalb der Reaktionskammer 1 und wird von einem Motor 15 angetrieben.

Die an der Schüttelstelle 6 montierten Lagerzapfen 11 stehen in den Lagerschalen 12. Pro Schüttelplatte 6 werden mindestens drei Lagerzapfen 11 mit entsprechenden Lagerschalen 12 benötigt. Die Auslenkung der Schüttelbewegung ist durch die Durchmesserendifferenz, um die der Lagerzapfen 11 kleiner ist, als der Innendurchmesser der Lagerschale 12, gegeben. Die Schüttelplatte 6 beschreibt somit eine Kreisbewegung. Um eine hohe Schüttelfrequenz

erreichen zu können sind die elektrischen nicht leitenden Glaseinsätze 14 in dem sonst metallischen Reaktionskammerboden 13 eingesetzt, damit keine Bremswirkung durch Wirbelströme erfolgt. Treibermagnete 18/19 berühren die Glaseinsätze 14 nicht.

Wie Fig. III zeigt, ist ein Schüttlermagnet 20 im Lagerzapfen 11 eingeschlossen und dadurch mit der Schüttelplatte 6 fest verbunden. Die Lagerschale 12 und der Glaseinsatz 14 sitzen im Reaktionskammerboden 13 zwischen den Treibermagneten 18/19 und dem Schüttelmagnet 20.

Der Schüttelmagnet 20 wird, bedingt durch die Wahl der Polarisierung, vom Treibermagnet 18 angezogen und vom Treibermagnet 19 abgestossen.

Die Reibung auf der Grundfläche in der Lagerschale 12 und der Stirnseite des Lagerzapfens 11 ist abhängig von der zu schüttelnden Gesamtmasse und der Magnetkraft.

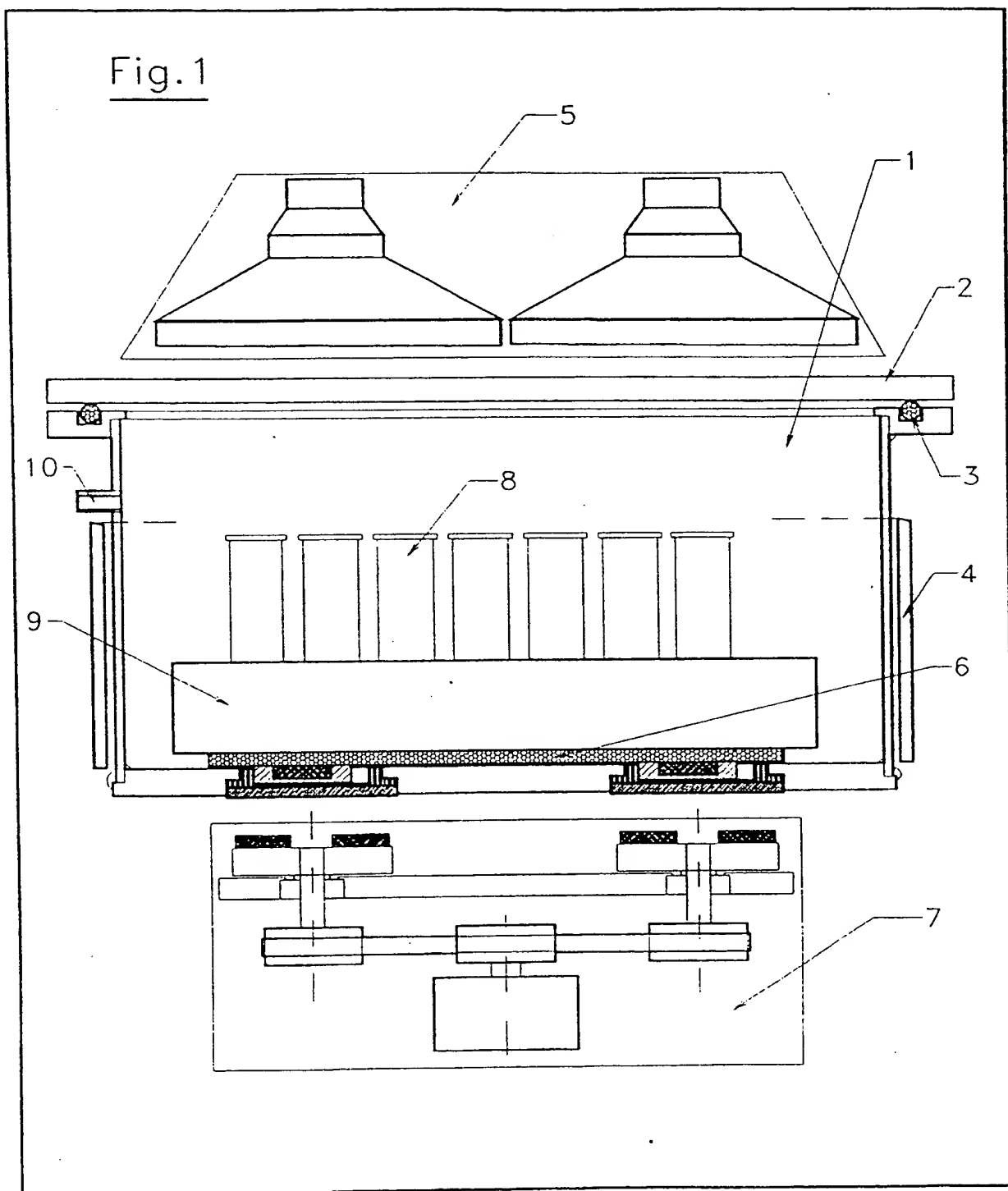
Mit zunehmender Drehzahl der Treibermagneten 18/19 wird der Schüttelmagnet 20 nachgezogen. Er befindet sich nicht mehr in der optimalen Position über dem anziehenden Treibermagnet 18. Als Folge kommt der Schüttelmagnet 20 dem abstossenden Treibermagneten 19 näher. Dadurch verringert sich die Reibung in der Lagerschale 12, was die Erhöhung der Tourenzahl begünstigt.

## P a t e n t a n s p r ü c h e

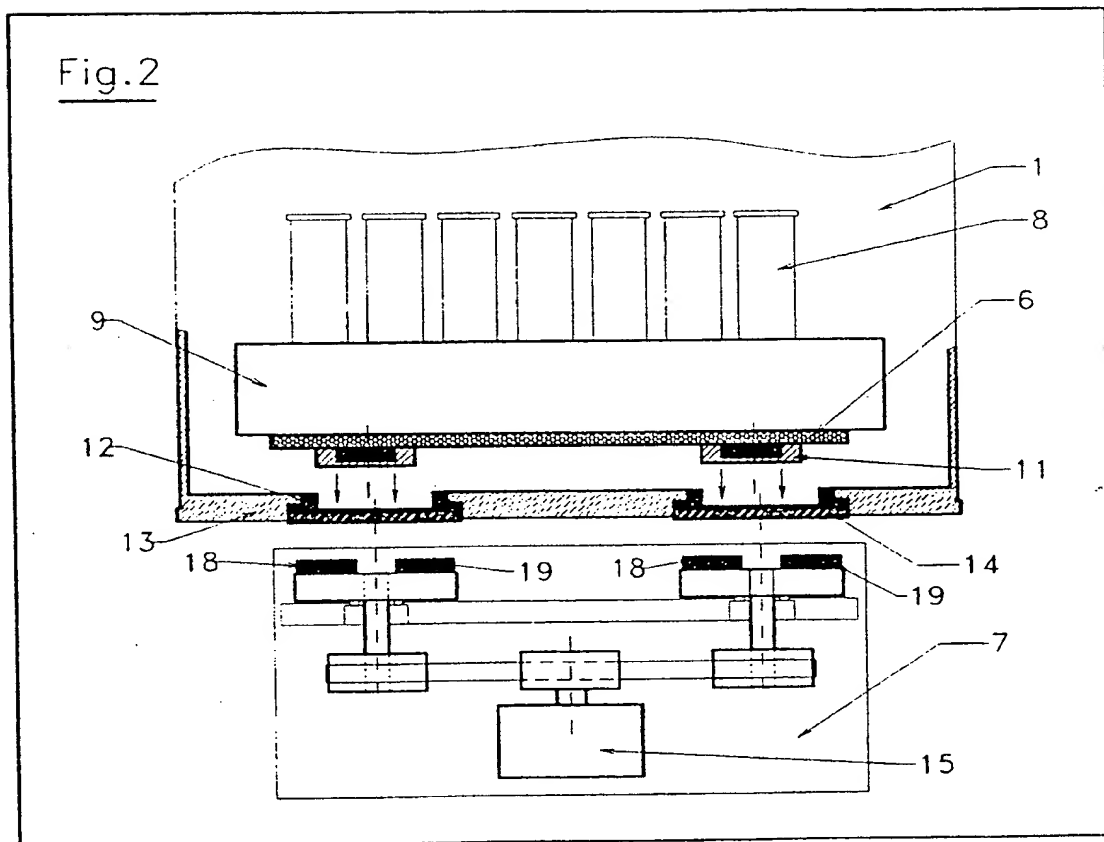
1. Reaktionskammersystem zur gleichzeitigen Bearbeitung mehrerer flüssiger oder in Flüssigkeit gelöster, aggressiver oder gefährlicher Proben, gekennzeichnet durch eine Reaktionskammer (1) mit einer Plattform (6) zur Aufnahme einzelner Probengefäße (8), einen ausserhalb der Reaktionskammer angeordneten und mit der Plattform magnetisch gekoppelten Schüttelantrieb (12, 15-19).
2. Reaktionskammersystem nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Kammer (1) gegenüber aggressiven Proben resistent, sowie vakuum- und temperaturbeständig ist.
3. Reaktionskammersystem nach Anspruch 1, gekennzeichnet durch ausserhalb der Kammer (1) angeordnete Heizstrahler.
4. Reaktionskammersystem nach Anspruch 1, gekennzeichnet durch Leitungsanschlüsse (10) zum Füllen und Entleeren der Probengefäße (8) während des Betriebes.
5. Reaktionskammersystem nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass der Schüttelantrieb mehrere rotierende synchronlaufende Treiber (16) mit Treibermagneten (18/19) aufweist und dass die Plattform (6) mit fixierten Lagerzapfen (11) mit integrierten Schüttelmagneten (20) versehen ist.
6. Reaktionskammersystem nach Anspruch 1, gekennzeichnet durch elektrisch nicht leitende Einsätze (14), die die Wirbelstrombremswirkung im Magnetkopplungsbereich verhindern.
7. Reaktionskammersystem nach Anspruch 1, gekennzeichnet durch einen den Schüttelmagneten (20) abstossenden Treibermagneten (19) zur Minderung der Reibung bei steigender Schüttelgeschwindigkeit.
8. Reaktionskammer nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass eine Plattform (6) ohne mechanische Verriegelung eingesetzt wird.

9. Verwendung eines Systems nach einem der Ansprüche 1 - 8, gekennzeichnet durch den Einsatz im Bereich der chemischen kombinatorischen Synthese, als Verdampfer oder für verwandte Anwendungen.

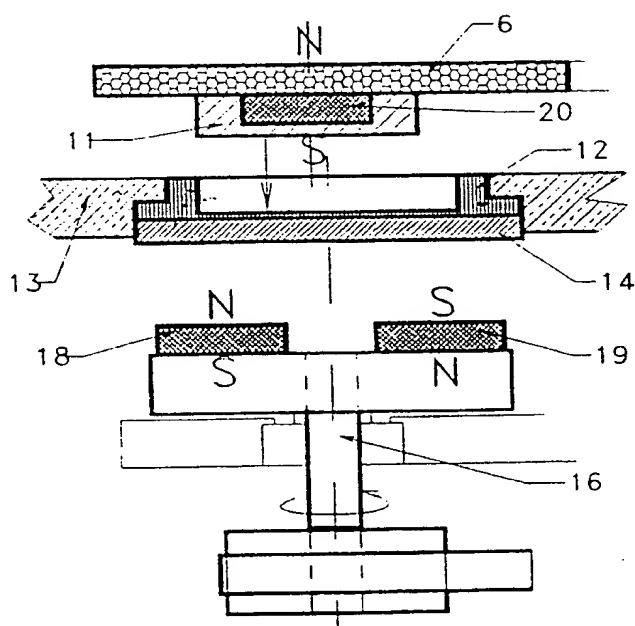
BEST AVAILABLE COPY







BEST AVAILABLE COPY

Fig.3

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No

PCT/CH 97/00431

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER  
IPC 6 B01J19/00 B01F13/08

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

IPC 6 B01J B01F

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	US 4 925 629 A (WILFRIED SCHRAMM) 15 May 1990 see abstract see column 4, line 45 - column 5, line 34 see figure 2 ---	1, 8, 9
A	US 3 622 128 A (HANS GEISNER) 23 November 1971 see the whole document ---	1, 2, 5-8
A	DE 37 23 004 A (BOEHRINGER INGELHEIM KG) 26 January 1989 see abstract see column 3, line 40 - line 46 see column 3, line 61 - column 4, line 60 see figures --- -/--	1, 2, 4, 8, 9

☒ Further documents are listed in the continuation of box C.

☒ Patent family members are listed in annex.

### Special categories of cited documents:

- "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- "E" earlier document but published on or after the international filing date
- "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

- "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
- "X" document of particular relevance: the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
- "Y" document of particular relevance: the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.
- "&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

4 February 1998

Date of mailing of the international search report

12/02/1998

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2  
NL - 2280 HV Rijswijk  
Tel. (+31-70) 340-2040. Tx. 31 651 epo nl.  
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Stevnsborg, N

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No

PCT/CH 97/00431

## C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	WO 96 33010 A (ONTOGEN CORPORATION) 24 October 1996 see abstract see page 25, line 11 - line 30 see figures 1,13	1,3,8,9
A	US 5 302 347 A (F.M. VAN DEN BERG & H.H. VOLKENS) 12 April 1994 see abstract; figure	3

BEST AVAILABLE COPY

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No

PCT/CH 97/00431

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
US 4925629 A	15-05-90	NONE	
US 3622128 A	23-11-71	CH 513060 A DE 2041618 A FR 2059639 A GB 1257588 A SE 357444 B US 2516655 A US 2774803 A US 3088716 A	30-09-71 25-02-71 04-06-71 22-12-71 25-06-73 25-07-50 18-12-56 07-05-63
DE 3723004 A	26-01-89	DE 8717464 U	29-12-88
WO 9633010 A	24-10-96	US 5609826 A AU 5486996 A EP 0821619 A	11-03-97 07-11-96 04-02-98
US 5302347 A	12-04-94	NL 9000481 A AU 7493091 A EP 0539375 A JP 5503466 T WO 9112888 A	16-09-91 18-09-91 05-05-93 10-06-93 05-09-91

BEST AVAILABLE COPY

# INTERNATIONALE RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen

PCT/CH 97/00431

## A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES

IPK 6 B01J19/00 B01F13/08

Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPK

## B. RECHERCHIERTE GEBIETE

Recherchierter Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)

IPK 6 B01J B01F

Recherchierte aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

## C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
A	US 4 925 629 A (WILFRIED SCHRAMM) 15. Mai 1990 siehe Zusammenfassung siehe Spalte 4, Zeile 45 - Spalte 5, Zeile 34 siehe Abbildung 2	1, 8, 9
A	US 3 622 128 A (HANS GEISNER) 23. November 1971 siehe das ganze Dokument	1, 2, 5-8
A	DE 37 23 004 A (BOEHRINGER INGELHEIM KG) 26. Januar 1989 siehe Zusammenfassung siehe Spalte 3, Zeile 40 - Zeile 46 siehe Spalte 3, Zeile 61 - Spalte 4, Zeile 60 siehe Abbildungen	1, 2, 4, 8, 9



Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen



Siehe Anhang Patentfamilie

\* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :

"A" Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist

"E" älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist

"L" Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)

"O" Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht

"P" Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist

"T" Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist

"X" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderscher Tätigkeit beruhend betrachtet werden

"Y" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderscher Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist

"G" Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist

Datum des Abschlusses der internationalen Recherche

4. Februar 1998

Absenddatum des internationalen Recherchenberichts

12/02/1998

Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde

Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2  
NL - 2280 HV Rijswijk  
Tel. (+31-70) 340-2040 Tx 31 651 apo nl.  
Fax: (+31-70) 340-3016

Bevollmächtigter Bediensteter

Stevnsborg, N

# INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen

PCT/CH 97/00431

C.(Fortsetzung) ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
A	WO 96 33010 A (ONTOGEN CORPORATION) 24.Oktober 1996 siehe Zusammenfassung siehe Seite 25, Zeile 11 - Zeile 30 siehe Abbildungen 1,13 -----	1,3,8,9
A	US 5 302 347 A (F.M. VAN DEN BERG & H.H. VOLKENS) 12.April 1994 siehe Zusammenfassung; Abbildung -----	3

BEST AVAILABLE COPY

# INTERNATIONALE RECHERCHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Internationales Aktenzeichen

PCT/CH 97/00431

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
US 4925629 A	15-05-90	KEINE	
US 3622128 A	23-11-71	CH 513060 A	30-09-71
		DE 2041618 A	25-02-71
		FR 2059639 A	04-06-71
		GB 1257588 A	22-12-71
		SE 357444 B	25-06-73
		US 2516655 A	25-07-50
		US 2774803 A	18-12-56
		US 3088716 A	07-05-63
DE 3723004 A	26-01-89	DE 8717464 U	29-12-88
WO 9633010, A	24-10-96	US 5609826 A	11-03-97
		AU 5486996 A	07-11-96
		EP 0821619 A	04-02-98
US 5302347 A	12-04-94	NL 9000481 A	16-09-91
		AU 7493091 A	18-09-91
		EP 0539375 A	05-05-93
		JP 5503466 T	10-06-93
		WO 9112888 A	05-09-91

BEST AVAILABLE COPY